

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 63-035499

(43)Date of publication of application : 16.02.1988

(51)Int.Cl.

C30B 33/00  
C30B 29/30

(21)Application number : 61-180474

(71)Applicant : HITACHI METALS LTD

(22)Date of filing : 31.07.1986

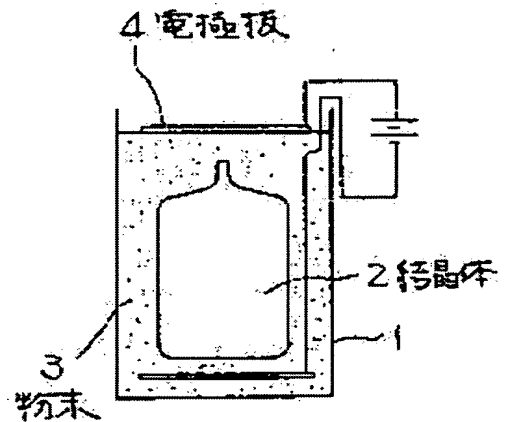
(72)Inventor : FURUKAWA YASUNORI  
NAKAJIMA KO

## (54) METHOD FOR MAKING SINGLE DOMAIN LITHIUM TANTALATE SINGLE CRYSTAL

## (57)Abstract:

PURPOSE: When a polydomain lithium tantalate crystal is embedded in a powder and converted into single domain, the characteristics of the powder are specified to enable the conversion of the crystal into single domain without formation of cracks.

CONSTITUTION: Crystalline  $\text{LiTaO}_3$  2 is placed in the crucible 1 and the space is filled with a powder 3. The crystal 2 is heated up near the Curie point, an electric field is applied to the electrodes 4, then the crystal is gradually cooled down to convert into single domain. The powder 3 is desired to be unreactive with the crystal 2 and undiffusible, and have resistivity of  $10^3\text{W}10^6\Omega\cdot\text{cm}$ . Such a powder is composed of lithium niobate, lithium tantalate or conductive SIALON. Thus, the crystal 2 is optimally and efficiently converted into single domain.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-35499

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

C 30 B 33/00  
29/30

識別記号

庁内整理番号

8518-4G  
8518-4G

⑭ 公開 昭和63年(1988)2月16日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑮ 発明の名称 リチウムタンタレート単結晶の単一分域化方法

⑯ 特 願 昭61-180474

⑰ 出 願 昭61(1986)7月31日

⑱ 発 明 者 古 川 保 典 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社磁性材料  
研究所内

⑲ 発 明 者 中 島 皇 埼玉県熊谷市三ヶ尻5200番地 日立金属株式会社磁性材料  
研究所内

⑳ 出 願 人 日立金属株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目1番2号

㉑ 代 理 人 弁理士 森 田 寛

明 細 書

ー ト 単 結 晶 の 単 一 分 域 化 方 法 。

1. 発明の名称

リチウムタンタレート単結晶の単一分域化方法

2. 特許請求の範囲

(1) リチウムタンタレート多分域結晶体を粉末内に全体若しくは単一分域化する部分のみ埋め込み、この粉末内に、前記多分域結晶体の電界印加方向に対向する部位に電極板を挿入し、キューリー温度近傍において前記電極板間に電界を印加し、以後徐冷することにより前記多分域結晶体を単一分域化する方法において、前記粉末を前記結晶体と前記キューリー温度近傍で非反応かつ非拡散である材料であり、かつ前記キューリー温度近傍における電気抵抗率が $10^3 \sim 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ であることを特徴とするリチウムタンタレート単結晶の単一分域化方法。

(2) 電極板を構成する材料がセラミックスである特許請求の範囲第1項記載のリチウムタンタレ

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明はリチウムタンタレート(以下LiTaO<sub>3</sub>と記す)単結晶の単一分域化方法に関するものである。

(従来の技術)

従来引上げ法によって得たLiTaO<sub>3</sub>多分域結晶を単一分域化する方法のうち、結晶体と電極との接合手段には次の2つがある。すなわち(1)結晶切断加工面にセラミックスを介して貴金属電極板に対向させる。(2)結晶表面に電極を接合する。(1)の方法においては、結晶を引上げ後単一分域化前に方位切断の必要があり、前記結晶内に熱歪または分極歪が存在することに起因し、切断時にクラックを生じ易い。また引上げ軸と単一分域化方向が異なる場合には、上記切断時による切り取り損失部分が多いため歩留が低下する。一方(2)の方

法では電極としてPt, Ag等の貴金属ペーストを使用しているが、単一分域化温度1150°Cの高温状態で電界を印加するため、電極剤が前記結晶内に拡散し、クラックその他の不都合な現象を惹起する。上記問題点を解決する手段として、引上げ後のLiTaO<sub>3</sub>多分域結晶をLiTaO<sub>3</sub>結晶粉末内に埋め込み、この粉末内にPt電極板を単一分域化する方向に挿入し、キューリー温度以上の高温に加熱して、前記対向するPt電極板に直流電圧を印加して徐冷する方法が開示されている(特開昭57-140400号公報参照)。

#### 〔発明が解決しようとする問題点〕

上記改良方法によれば、(1) as-grown の形状のまま単一分域化ができると共に、(2)電極剤の拡散等の問題がなく、高歩留を期待できるという利点があると記載されている。しかしながら、結晶体を埋め込むべき粉末についての特性については何等の開示がないのみならず、電気絶縁体から電気良導体まですべての材料を包含するかの如き記載

があり、実際作業への適用が困難であるという問題点がある。

本発明は上記の問題点を解消するため、前記結晶を埋め込むべき粉末材料に必要な特性を、種々の実験の結果見出したものであり、LiTaO<sub>3</sub>単結晶の最適単一分域化方法を提供することを目的とする。

#### 〔問題点を解決するための手段〕

上記従来の問題点解決のために、本発明では、

- A. リチウムタンタレート多分域結晶体を粉末内に全体若しくは単一分域化する部分のみ埋め込み、この粉末内に、前記多分域結晶体の電界印加方向に対向する部位に電極板を挿入し、キューリー温度近傍において前記電極板間に電界を印加し、以後徐冷することにより前記多分域結晶体を単一分域化する方法において、
- B. 前記粉末を前記結晶体と前記キューリー温度近傍で非反応かつ非拡散である材料で構成する、
- C. 前記粉末の前記キューリー温度近傍における

電気抵抗率を $10^3 \sim 10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ とする。

という技術的手段を採用したのである。なおLiTaO<sub>3</sub>のキューリー温度は、配合組成、育成条件によって異なるが600°C近傍にある。

本発明において、結晶体の全部若しくは単一分域化すべき一部を包囲若しくは埋め込む粉末のキューリー温度近傍における電気抵抗率が $10^3 \Omega \cdot \text{cm}$ 未満、すなわち電気伝導度の比較的高い材料を使用すると、粉末にのみ電流が流れてしまい、単一分域化すべき結晶体に電流が流れなくなるため不都合である。一方電気抵抗率が $10^6 \Omega \cdot \text{cm}$ を越えると、粉末部分における電圧降下が大きすぎるため、結晶体に所定の電圧が印加されず、単一分域化のための付勢力が低下するため好ましくない。

上記の粉末構成材料としては、下記のようなものが使用できると共に、これらの2種以上の混合または複合、更にはこれらまたは上記混合若しくは複合と他の結合材料との混合若しくは複合であってもよい。ただし、複合系の場合においては、

夫々の粉末構成材料と結晶材料とが相互に化学反応を起こす組み合わせは当然に回避しなければならない。

粉末構成材料としては、例えばニオブ酸リチウム、タンタル酸リチウム、導電サイアロン、ジルコニア、チタニア等で、高温における電気抵抗率を適切に調節されたものを使用することができる。

#### 〔作用〕

上記の構成により、LiTaO<sub>3</sub>多分域結晶体に対しては、電極または結晶体の全部若しくは一部の周囲を包囲する粉末との間に反応若しくは拡散を惹起することなく、所定の電界印加により単一分域化が行われるのである。

#### 〔実施例〕

第1図は本発明の実施例を示す単一分域化処理状態の説明図、第2図は同温度および電圧と時間との関係を示す図であり、第2図において温度は

実線で、電圧は破線で示してある。まず $z$ 軸引上げにより育成した直径60mm長さ100mmの $LiTaO_3$ 単結晶を育成炉(図示せず)から取り出した後、そのまま第1図に示すようにアルミナ製のるつぼ1内に装入し、次にこの結晶体2の周囲に電気抵抗率が $500\Omega \cdot cm$ の $LiTaO_3$ の粉末3を充填する。なおこの粉末3内には、Pt製の電極板4を例えば $z$ 軸方向に対向して配設する。そしてるつぼ1に結晶体2を装入したまま、均熱電気炉(図示せず)に装入し、 $750^\circ C$ に加熱保持した状態で、電極板4、4間に例えば200Vの直流電圧を印加し、次いで $80^\circ C$ /時間の割合で徐冷する。すなわち第2図において、 $80^\circ C$ /時間の割合で昇温し、結晶体2の温度が $60^\circ C$ に到達した時点において、破線で示すように10Vの直流電圧を印加し、次に結晶体2の温度が $750^\circ C$ に到達した時刻 $t_1$ から200V/時間の割合で印加電圧を漸次上昇させ、時刻 $t_2$ から200Vに保持する。時刻 $t_2$ から300分後の時刻 $t_3$ から結晶体2の温度を降下させ、

時刻 $t_1$ から12~15時間後の時刻 $t_3$ において電圧の印加を解除し、 $LiTaO_3$ 単結晶の単一分域化処理を終了する。以上のようにして45個の単一分域化処理を行ったところ、45個全数が完全に単一分域化されており、クラックの発生は2個であった。

本実施例においては、引上軸と単一分域化方向が同一のものについて記述したが、両者の方向が異なる場合でも作用は同一である。また結晶体の全部若しくは単一分域化すべき部分の周囲に充填する粉末は $LiTaO_3$ 、結晶粉末に限定せず、前記のような他の粉末材料が使用できることは勿論である。更にまた単結晶の育成手段が、例えばゾーン・メルト法等の他の手段による結晶体にも当然に使用できる。また電極板の構成材料は、Pt等の貴金属の他に、例えば導電サイアロンのようなセラミックスを使用することができる。

#### (発明の効果)

本発明は以上記述のような構成および作用であ

るから、結晶体の育成後そのままの状態、しかも焼鈍工程を省略した状態で、電極剤の拡散、蒸発を伴わずに、クラックの発生のない $LiTaO_3$ 単結晶の単一分域化を行うことができる。また上記単一分域化における粉末材料の電気抵抗率を規定したことにより、最適かつ効率的な処理を行うことができるという効果がある。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明の実施例を示す単一分域化処理状態の説明図、第2図は同温度および電圧と時間との関係を示す図である。

2: 結晶体、3: 粉末、4: 電極板。

特許出願人 日立金属株式会社  
代理人 弁理士 森田 寛

